

BWH



PROSIDING SEMINAR NASIONAL

Ke-1 Tahun 2009

ReKAYASA TEKNOLOGI INDUSTRI DAN INDUSTRI

Environment, Resources and Technology for Better Life

STTNRS

SEKOLAH TINGGI TEKNOLOGI NASIONAL
YOGYAKARTA

APLIKASI SPEKTROFOTOMETER UNTUK PENGUKURAN KONSENTRASI CAFFEINE DAN PARACETAMOL

B. Wuri Harini¹, Antonius Tri Priantoro², Agung Bambang Setyo Utomo³

¹Teknik Elektro, Universitas Sanata Dharma, Yogyakarta

²Pendidikan Biologi, Universitas Sanata Dharma, Yogyakarta

³MIPA Fisika, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

Abstract

This research has two aspects. They are spectrophotometer design and it's application. In this research, we design spectrophotometer that can be used to measure caffeine and paracetamol manually.

Spectrophotometer system consists of polychromatic light source, monochromator, sample, and detector. Microcontroller is used to get data of absorbance and to determine wavelength. Then, the concentration of caffeine and paracetamol are calculated manually.

The result of this system is the system can detect caffeine and paracetamol absorbances, with linearity degree of caffeine is 0.991 and paracetamol is 0.992. However, this system needs some improvements, so it has better performance.

1. Latar Belakang

Pengukuran konsentrasi senyawa di dalam suatu sampel, banyak dilakukan di berbagai bidang seperti fisika, kimia, farmasi, kedokteran, biologi, pertanian, teknik dan lingkungan. Untuk keperluan tersebut diperlukan instrumen yang sesuai, seperti spektrofotometer. Banyak penelitian yang memanfaatkan spektrofotometer ini. Di antaranya adalah Diawati, C. dalam penelitian berjudul "Penentuan logam besi dan seng dalam alga coklat *sorgasum duplicatum* di perairan pantai gading secara spektrofotometer serapan atom" dan "Studi penentuan logam berat Pb (II) dan Cu (II) dalam alga merah *eucheuma* Sp di perairan pantai gading secara spektrofotometer atom", dan Supriyanto, R. dalam penelitian berjudul "Studi analisis spesial Fe(II) dan (III) menggunakan (Asam Tanat) ekstrak getah gambir dengan spektrofotometer ultra ungu-tampak" [1].

Pengoperasian spektrofotometer berdasar pada proses penyerapan cahaya oleh senyawa dalam sampel [2][3]. Pada sistem ini, cahaya dilewatkan pada sampel selanjutnya sebagian cahaya akan diserap dan bagian yang lain akan diteruskan. Penyerapan cahaya tergantung pada beberapa parameter antara lain koefisien serapan dan konsentrasi.

Pada umumnya sampel mengandung banyak komponen, karena itu penyerapan yang terukur merupakan penyerapan total dari masing-masing komponennya. Untuk dapat mengetahui konsentrasi masing-masing komponen, salah satu cara yang biasa dilakukan adalah dengan memisahkan satu komponen dari komponen yang lain. Pemisahan komponen dapat dilakukan secara fisika maupun kimia, untuk itu diperlukan tambahan instrumen yang cukup kompleks. Selain itu dapat pula dilakukan pengukuran multi komponen secara serempak seperti pada *Atomic Absorption*

Spectrophotometer [4], *UV/Visible diode-array spectrophotometer* [5] dan detektor fotoakustik [6]. Pada metode semacam ini komponen komponen yang ada di dalam sampel tidak dipisahkan.

Untuk pengukuran multikomponen diperlukan sejumlah nilai serapan pada panjang gelombang yang berbeda. Selanjutnya nilai konsentrasi dapat dihitung dari satu sistem persamaan linear [3]. Pada pengukuran semacam ini perlu diperhatikan masalah selektivitas selain sensitivitasnya [7]. Selain itu pada kebanyakan alat yang tersedia, pengesetan panjang gelombang dilakukan secara manual. Mengingat hal-hal tersebut, spektrofotometer banyak dioperasikan untuk pengukuran satu komponen saja.

Pada penelitian ini akan dibuat sistem spektrofotometer dengan peralatan standar yang bisa didapatkan di pasaran. Sistem ini akan diaplikasikan untuk mengukur *caffeine* dan *paracetamol* secara simultan. Pengukuran kedua senyawa ini banyak dilakukan untuk kepentingan dalam bidang farmasi. Salah satu pengukuran *caffeine* dan *paracetamol* sebelumnya menggunakan metoda *flow injection analysis* (FIA) [5]. Metoda FIA ini memerlukan peralatan yang cukup kompleks dan metoda analisisnya juga termasuk rumit. Pada penelitian tahun pertama ini penentuan konsentrasi *caffeine* dan *paracetamol* dilakukan secara manual terlebih dahulu.

2. Metode Penelitian

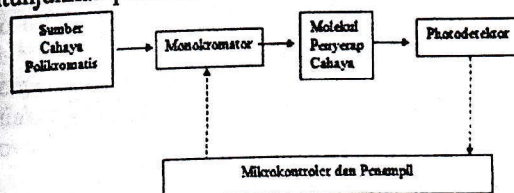
2.1. Variabel penelitian

Variabel terikat adalah variabel yang menjadi titik pusat penelitian. Variabel bebas adalah variabel yang diselidiki pengaruhnya terhadap variabel terikat. Variabel terikat pada penelitian ini adalah sistem spektrofotometer dan bagian-bagiannya, sedangkan variabel bebas yang digunakan adalah *caffeine* dan *paracetamol*

2.2. Prosedur Penelitian

2.2.1. Pembuatan alat

Penelitian ini akan mencakup pembuatan sistem spektrofotometer yang dapat bekerja secara manual serta menerapkannya untuk mengukur konsentrasi *caffeine* dan *paracetamol*. Sistem spektrofotometer mempunyai susunan seperti yang ditunjukkan pada Gambar.1.



Gambar 1. Susunan Spektrofotometer pengukur konsentrasi molekul

Bagian utama dari spektrofotometer ini adalah sumber cahaya polikromatis, monokromator, tempat sampel molekul penyerap, fotodetektor serta mikrokontroler dan penampil. Cahaya polikromatis yang berasal dari sumbernya dilewatkan pada monokromator. Monokromator digunakan untuk memilih panjang gelombang yang sesuai dengan proses serapan oleh molekul penyerap yang diteliti. Pemilihan panjang gelombang yang keluar dari monokromator dilakukan dengan memutar kedudukan kisi yang dapat dilakukan secara manual maupun dikendalikan oleh mikrokontroler. Selanjutnya cahaya monokromatis dengan panjang gelombang λ dan intensitas I_0 akan melewati sampel yang mengandung molekul sepanjang b seperti yang telah dijelaskan dalam bab 3. Karena itu sebagian cahaya tersebut akan diserap oleh molekul. Hal ini mengakibatkan intensitasnya turun menjadi I .

Perancangan sistem spektrofotometer meliputi:

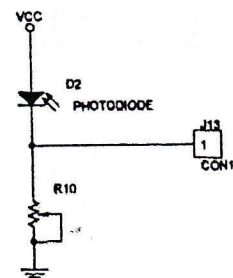
a. Perancangan perangkat keras

Perancangan perangkat keras meliputi:

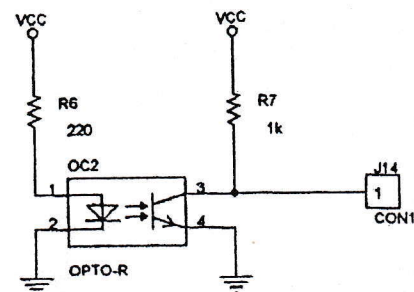
- Perancangan detektor dengan rangkaian seperti gambar 2.
- Perancangan sensor posisi dengan rangkaian seperti gambar 3.
- Perancangan sistem mikrokontroler dan penampil yang ditunjukkan dalam gambar 4 dan 5.
- Perancangan dudukan

b. Perancangan perangkat lunak dengan mikrokontroler

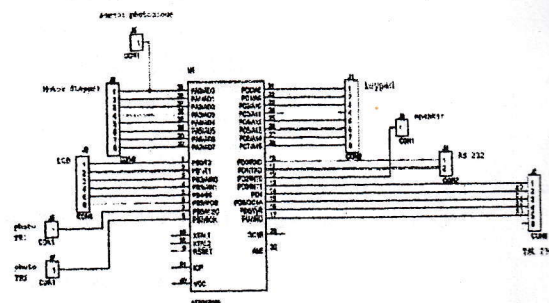
Flow chart program utama sistem ini ditunjukkan dalam gambar 6



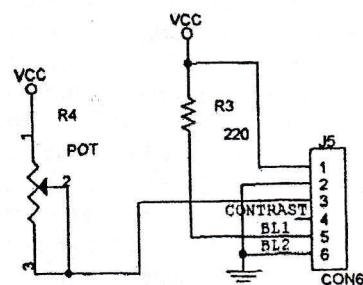
Gambar 2. Rangkaian detektor



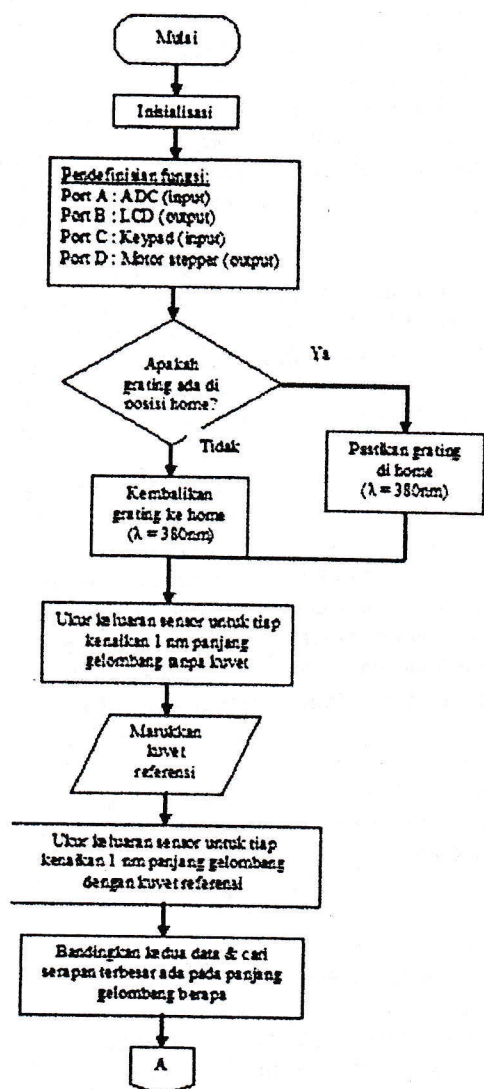
Gambar 3. Rangkaian detektor posisi



Gambar 4. Rangkaian mikrokontroler



Gambar 5. Rangkaian LCD



Gambar 6. Flow chart program utama ma

2.2.2. Pengujian alat

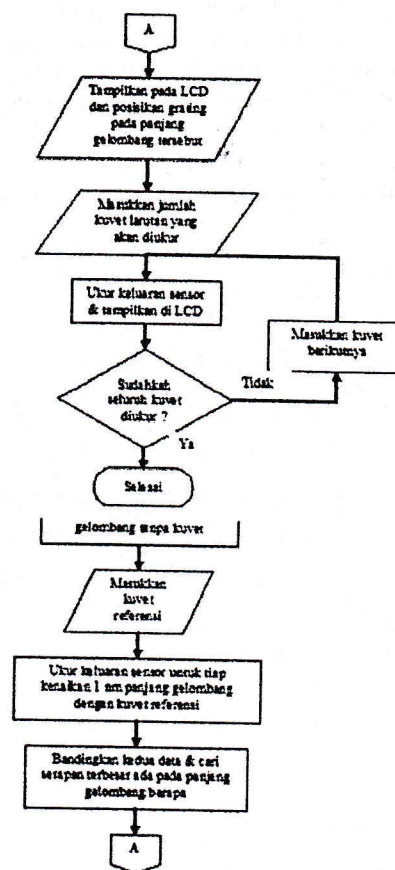
Pengujian alat meliputi hal-hal sebagai berikut:

1. Penentuan panjang gelombang spektrofotometer duplikasi dengan gelas dydinium
2. Pengujian dengan sampel *caffeine* dan *paracetamol*

2.2.3. Pengambilan data

Aplikasi penggunaan alat dilakukan dengan mengukur konsentrasi campuran parasetamol dan kafein. Kedua bahan ini sebenarnya tidak berwarna, sehingga pengukuran secara langsung hanya bisa dilakukan dengan mempergunakan spektroskopi Ultra Violet (UV), sedangkan spektroskopi visible hanya bisa mengukur senyawa-senyawa berwarna. Untuk bisa diukur dengan spektroskopi yang mempergunakan sumber cahaya visible kedua bahan tersebut harus direaksikan dengan bahan lain sehingga bahan yang bersangkutan menjadi berwarna. Pengukuran ini meliputi 4 tahap, yaitu persiapan bahan, scanning parasetamol dan kafein untuk memperoleh panjang gelombang maksimum

(lambda maks), pembuatan kurva baku parasetamol dan kafein, dan pengukuran contoh bahan (sampel).



Gambar 6. (lanjutan) Flow chart program utama

1. Penyiapan Bahan

Penyiapan bahan meliputi penimbangan baku parasetamol dan kafein untuk membuat larutan baku. Dari larutan baku kemudian dibuat seri larutan untuk dipergunakan dalam pembuatan kurva baku, masing-masing dengan 5 seri. Ditimbang 10 mg baku parasetamol, dilarutkan dalam 100 ml aquades. Dari larutan induk ini dipipet 5 ml, 7.5 ml, 10 ml, 12.5 ml, dan 15 ml yang masing-masing dimasukkan dalam labu 50 ml. Ke dalam masing-masing labu ukur ditambahkan 2,0 ml HCl 6N dan 5,0 ml larutan Natrium Nitrit 10 %, campur dan biarkan selama 15 menit. Setelah itu ditambahkan 5,0 ml larutan asam sulfamat 15% dan 15,0 ml larutan NaOH 10%, dinginkan dan encerkan dengan aquadest sampai tanda. Kemudian *degasing* ± 5 menit.

Ditimbang 10 mg baku kafein, dilarutkan dalam 100 ml aquades. Dari larutan induk ini dipipet 5 ml, 7.5 ml, 10 ml, 12.5 ml, dan 15 ml yang masing-masing dimasukkan dalam labu 50 ml. Ke dalam masing-masing labu ukur ditambahkan 6 tetes larutan bromida, 1 tetes asam hidroklorik (1:9), dipanaskan, kemudian ditambahkan 5% merkuri asetat, dan 2% asam asetat, didinginkan dan diencerkan dengan aquadest sampai tanda.

Dibuat sampel campuran 5 ml larutan parasetamol dan 5 ml larutan kafein dalam dua labu 50 ml. Kedalam labu I ditambahkan pereaksi untuk parasetamol dengan prosedur yang sama, dan kedalam labu II ditambahkan pereaksi untuk kafein dengan prosedur yang sama.

2. Scanning

Scanning dilakukan untuk mencari panjang gelombang (λ) yang akan memberikan penyerapan paling tinggi (maksimum). Scanning dilakukan mulai dari panjang gelombang 380-700 nm yang merupakan rentang cahaya tampak

3. Pembuatan Kurva Baku

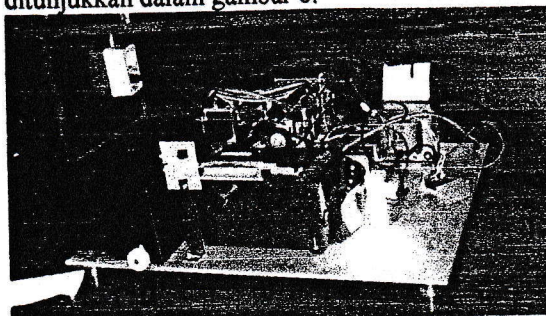
Pembuatan kurva baku merupakan hal pokok yang akan dipakai untuk menentukan konsentrasi larutan sampel berdasarkan perbandingan penyerapan sinar oleh larutan sampel. Kurva baku yang baik akan mempunyai tingkat linearitas yang tinggi yang ditunjukkan oleh harga koefisien determinasi (R^2). Harga R^2 yang dianggap mempunyai daya prediksi yang baik adalah 0.999.

4. Pengukuran Sampel

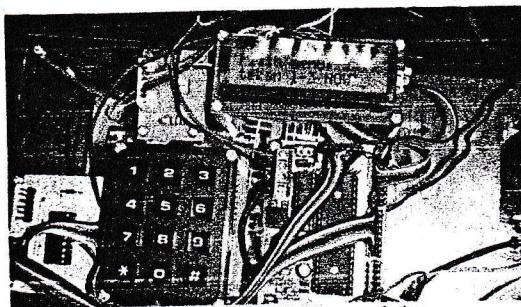
Pengukuran sampel campuran parasetamol dan kafein dilakukan dua kali pada panjang gelombang maksimum masing senyawa.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil perancangan sistem spektrofotometer secara keseluruhan dapat dilihat pada gambar 7. Sistem mikrokontroler, keypad dan penampil LCD ditunjukkan dalam gambar 8.



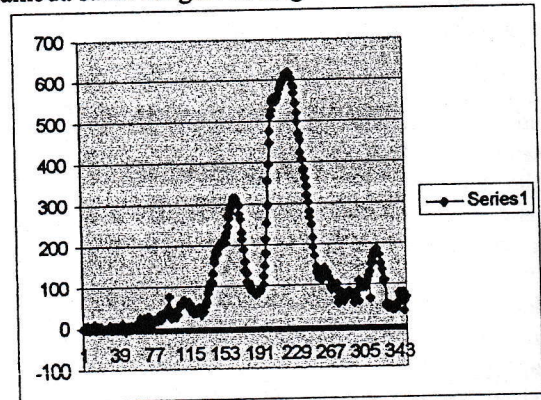
Gambar 7. Sistem Spektrofotometer



Gambar 8. Mikrokontroler, keypad dan penampil

3.2.1. Penentuan panjang gelombang spektrofotometer

Panjang gelombang spektrofotometer ditentukan dengan cara menguji penyerapan gelas dydinium. Hasil dari pengujian ini kemudian dibandingkan dengan spektrum penyerapan gelas dydinium pada alat yang standard. Hasil pengukuran ditunjukkan dalam gambar 9. Dari hasil perbandingan kedua grafik diperoleh bahwa 1 λ sama dengan 11 langkah motor stepper.

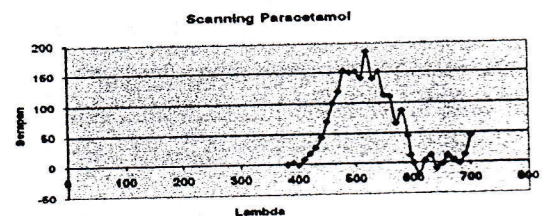


Gambar 9. Spektrum gelas dydinium pada sistem spektrofotometer yang dibuat

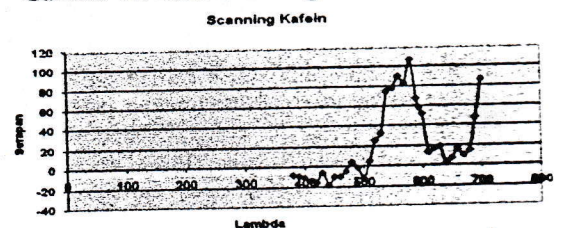
3.2.2. Pengujian dengan sampel *caffeine* dan *paracetamol*

3.2.2.1. Hasil Scanning

Scanning dilakukan untuk mencari panjang gelombang (λ) yang akan memberikan penyerapan paling tinggi (maksimum). Hal ini akan memberikan hasil yang paling sensitif dimana perubahan penyerapan akan memberikan hasil pengukuran yang lebih akurat. Dalam pelaksanaan Scanning dilakukan mulai dari panjang gelombang 380-700 nm yang merupakan rentang cahaya tampak. Hasil scanning menunjukkan bahwa λ maks untuk parasetamol adalah 520 nm, sedangkan untuk kafein adalah 580 nm seperti yang ditunjukkan dalam gambar 10 dan 11.



Gambar 10. Hasil Scanning larutan Parasetamol

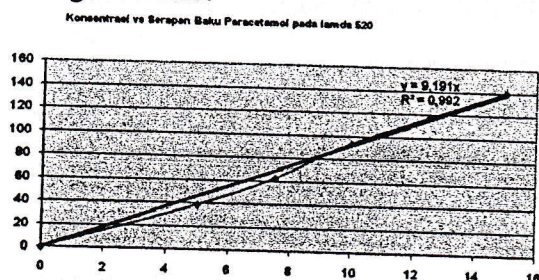


Gambar 11. Hasil Scanning larutan Kafein

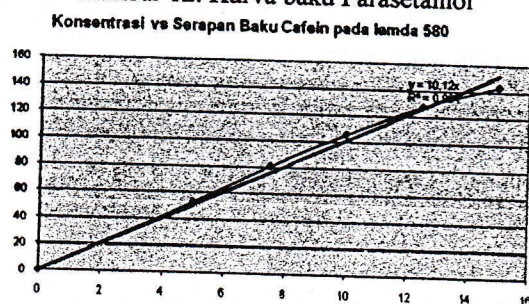
3.2.2.2. Pembuatan Kurva Baku

Pembuatan kurva baku merupakan hal pokok yang akan dipakai untuk menentukan konsentrasi larutan sampel berdasarkan perbandingan penyerapan sinar oleh larutan sampel. Kurva baku yang baik akan mempunyai tingkat linearitas yang tinggi yang ditunjukkan oleh harga koefisien determinasi (R^2). Harga R^2 yang dianggap mempunyai daya prediksi yang baik adalah 0.999.

Pada pengukuran serapan cahaya tampak oleh seri larutan baku parasetamol pada panjang gelombang 520nm yang kemudian diplotkan pada grafik konsentrasi vs serapan, diperoleh garis linear dengan persamaan $y=9.191x$ dengan harga $R^2 = 0.992$, seperti yang ditunjukkan dalam gambar 5.12. Y merupakan fungsi serapan sedangkan x mewakili konsentrasi. Pada pengukuran serapan cahaya tampak oleh seri larutan baku parasetamol pada panjang gelombang 580nm yang kemudian diplotkan pada grafik konsentrasi vs serapan, diperoleh garis linear dengan persamaan $y=10.12x$ dengan harga $R^2 = 0.991$, seperti yang ditunjukkan dalam gambar 5.13.



Gambar 12. Kurva baku Parasetamol



Gambar 13. Kurva baku Kafein

Harga R^2 untuk kedua larutan tersebut lebih rendah dari pada harga ideal. Keadaan ini dapat ditinjau dari beberapa sisi. Jika dianggap alatnya sudah baik maka yang menjadi masalah adalah kualitas larutan bakunya, dalam hal ini penyiapan larutan, termasuk penimbangan dan pengenceran "belum cukup baik" sehingga mengakibatkan harga konsentrasi tidak sama dengan nilai yang seharusnya. Sebaliknya jika harga konsentrasi sudah sesuai dengan nilai yang seharusnya, maka harga R^2 sangat ditentukan oleh alat ukur pengukur yang dipergunakan, dalam hal ini spektrofotometer visibel yang sedang dalam tahap penyempurnaan. Hal ini tampak dari pembacaan serapan yang kurang stabil, pengulangan pembacaan serapan untuk larutan yang

sama memberikan hasil yang berbeda. Beberapa hal yang memungkinkan terjadinya kesalahan dalam pengukuran ini antara lain belum adanya penutup (*chasing*) sehingga cahaya yang ditangkap oleh detektor tidak hanya dari cahaya yang telah melewati kuvet. Cahaya dari sekitar masih bisa masuk kedalam sistem yang akan mempengaruhi pembacaan serapan oleh detektor.

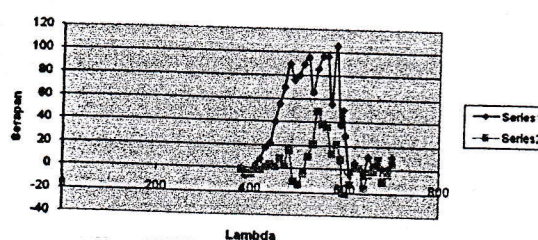
Selain kedua hal tersebut di atas, kuvet yang dipergunakan tampaknya juga mempengaruhi harga R^2 yang diperoleh. Pada waktu pembuatan dudukan untuk kuvet, contoh kuvet yang ditunjukkan adalah kuvet disposable bentuk Y yang bagian bawahnya terdapat lekukan sehingga hanya kuvet model tersebut yang bisa dipergunakan. Kuvet model penuh tidak bisa dimasukan kedalam dudukan kuvet karena ukuran luarnya lebih besar. Hal ini menjadi masalah karena stok kuvet yang ada adalah model penuh, sedang kuvet model Y yang baru tidak tersedia dan pembelian masih harus indent. Pada waktu pengukuran terpaksa memakai kuvet disposable yang telah dipakai ulang yang beberapa diantaranya terdapat goresan terkena tepi dudukan kuvet yang masih tajam.

Dari ketiga keterangan diatas, hal terakhir inilah yang tampaknya menjadi faktor paling dominan.

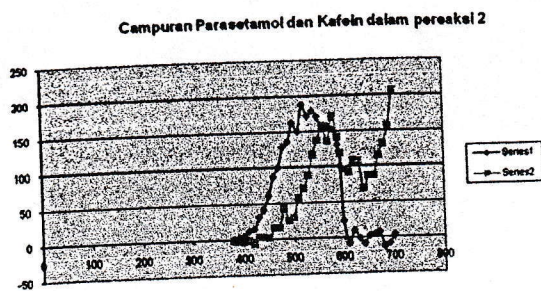
3.2.2.3. Pengukuran Sampel

Pengukuran sampel campuran parasetamol dan kafein dilakukan dua kali pada panjang gelombang maksimum masing-masing senyawa. Yang pertama campuran diukur pada panjang gelombang 520nm dan yang kedua pada panjang gelombang 580 nm. Kedua senyawa tersebut dicampur dengan pereaksi 1 (pereaksi untuk parasetamol) dan pereaksi 2 (pereaksi untuk kafein). Hasil pengukuran ditunjukkan dalam gambar 5.14 dan 5.15. Dari perhitungan secara manual diperoleh harga konsentrasi parasetamol 20,45 mg/l dan kafein 16,9 mg/l. Harga tersebut jauh diatas harga sesungguhnya yaitu parasetamol 10 mg/l dan kafein 10 mg/l. Hal ini berarti nilai recovery adalah lebih dari 200% untuk parasetamol dan lebih dari 160% untuk kafein. Harga recovery yang dianggap baik adalah 98-102%. Dengan demikian alat ukur ini bisa dikatakan relatif kurang baik atau kurang sensitif sehingga masih perlu diperbaiki.

Campuran Parasetamol dan Kafein dalam pereaksi 1



Gambar 14. Serapan campuran parasetamol dan kafein dalam pereaksi 1



Gambar 15. Serapan campuran parasetamol dan kafein dalam pereaksi 2

6.1. Kesimpulan

Dari hasil dan pembahasan di atas dapat disimpulkan bahwa:

- Spektrofotometer mampu mengukur sampel parasetamol dengan tingkat linieritas sebesar 0,992
- Spektrofotometer mampu mengukur sampel kafein dengan tingkat linieritas sebesar 0,991
- Hasil pengukuran campuran parasetamol dan kafein menunjukkan sistem spektrofotometer masih perlu perbaikan, terutama dalam hal sumber cahaya, penutup alat dan tempat kuvet.

DAFTAR PUSTAKA

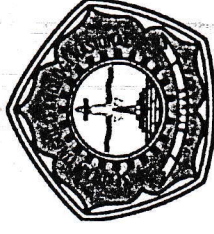
- [1]. <http://lemlit.unila.ac.id>, diakses tanggal 18 November 2009
- [2]. Skoog, D.A., Leary, J.L. 1992. *Principles of Instrumental Analysis*. Fort Worth: Saunders College Publishing.
- [3]. Harris, D.C. 1999. *Quantitative Chemical Analysis*. New York: W.H. Freeman and Company.
- [4]. Lewis, S.A., O'Haver, T.C., Harnly, J.M. 1984. *Simultaneous Multielement Analysis of Microliter Quantities of Serum for Copper, Iron, and Zinc by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry*. Anal. Chem. 56: 1651-1654.
- [5]. Dunkerley, S., Adams, M.J. 1997. *The simultaneous determination of caffeine, aspirin and paracetamol by principal components regression using automatic dilution and calibration*. Laboratory Automation and Information Management 33: 107-117.
- [6]. Moeckli, M.A., Hilbes, C., Sigrist, M.W. 1998. *Photoacoustic multicomponent gas analysis*

using a Levenberg-Marquardt fitting algorithm. Appl. Phys.B 67: 449-458.

- [7]. Olivieri, A.C. 2005. *Computing Sensitivity and Selectivity in Parallel Factor Analysis and Related Multiway Techniques: The Need for Further Developments in Net Analyte Signal Theory*. Anal. Chem. 77: 4936-4946



SEMINAR NASIONAL REKAYASA TEKNOLOGI INDUSTRI DAN INFORMASI
SEKOLAH TINGGI TEKNOLOGI NASIONAL YOGYAKARTA
JL BABARSARI CI, DEPOK, SLEMAN, YOGYAKARTA



SERTIFIKAT

Nomor : 26/Pan.ReTII/STINAS/S/XII/2009

Diberikan Kepada

B. WURI HARINI

atas partisipasinya pada

Seminar Nasional Rekayasa Teknologi Industri dan Informasi

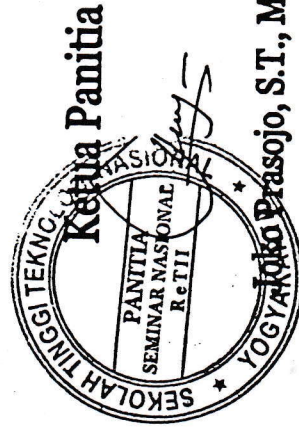
Pada tanggal, 19 Desember 2009

sebagai

Pemakalah ReTII 2009



Ir. H. R. Soekrisno, MSME., Ph.D.



Joko Prasajo, S.T., M.T.